

Institut für Radiochemie  
KERNFORSCHUNGSANLAGE JÜLICH  
des Landes Nordrhein-Westfalen

Katalytische Wirkung von Jod  
bei der  $^3\text{H}$ -Markierung nach Wilzbach

von

Dr. H. J. Ache, Dr. A. Thiemann  
und Prof. Dr. W. Herr

Y

Jül - 47 - RC

März 1962





**Berichte der Kernforschungsanlage Jülich – Nr. 47**

Institut für Radiochemie Jül – 47 – RC

Dok.: TRITIUM-INCORPORATION \* DK 546.11.02.3 : 546.15 : 542.97

Zu beziehen durch: ZENTRALBIBLIOTHEK der Kernforschungsanlage Jülich,  
Jülich, Bundesrepublik Deutschland



**ANGEWANDTE CHEMIE**  
HERAUSGEGEBEN VON DER  
GESELLSCHAFT DEUTSCHER CHEMIKER  
73. Jahrgang / Nr. 21, 1961 / Seite 707  
FORTSETZUNG DER ZEITSCHRIFT „DIE CHEMIE“  
VERLAG CHEMIE · GMBH · WEINHEIM/BERGSTRASSE

SONDERDRUCK

**Katalytische Wirkung von Jod bei der  $^3\text{H}$ -Markierung nach Wilzbach**

Von Dr. H. J. ACHE, Dr. A. THIEMANN  
und Prof. Dr. W. HERR

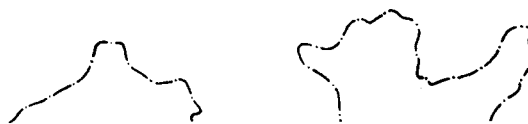
*Institut für Kernchemie der Universität Köln\*) und Kernforschungs-  
anlage Jülich*

Elementares Jod, in der Rückstoßchemie bisher nur durch seine Inhibitorwirkung<sup>1)</sup> bekannt, erhöht die Ausbeute an  $^3\text{H}$ -markierter Substanz beim *Wilzbach*-Verfahren beträchtlich. Allerdings muß Jod in einer Menge zugegen sein, daß neben Jod-Dampf auch noch Jod in der kondensierten Phase vorliegt. Die  $^3\text{H}$ -Markierung von Toluol verläuft wie folgt: In einen evakuierten und ausgeheizten 1000 ml Glaskolben werden 10 bis 12 mg Jod hineinsublimiert, Toluoldampf (20 mm Hg) eingebracht und bei Raumtemperatur und Tageslicht läßt man  $^3\text{H}_2$ -Gas 1 bis 2 Tage darauf einwirken.

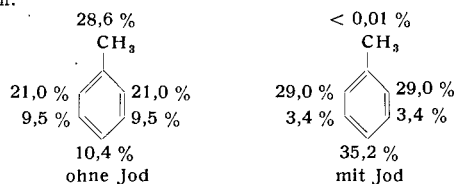
Gegenüber dem normalen *Wilzbach*-Verfahren, ohne Jod-Zusatz, ist die  $^3\text{H}$ -Aktivität der Muttersubstanz bis zum Faktor 100 erhöht. So beträgt die Ausbeute an  $^3\text{H}$ -Toluol, bei Verwendung von 50 mc  $^3\text{H}_2$ , Versuchsdauer 42 h mit  $\text{J}_2$  1008,0  $\mu\text{c}$ , ohne  $\text{J}_2$  10,6  $\mu\text{c}$ . Die Jod-katalysierte  $^3\text{H}$ -Markierung gelingt bei aromatischen, alicyclischen und aliphatischen Verbindungen (wie Toluol, Cyclohexan und n-Hexan), obwohl der  $G_i$ -Wert ( $G_i$  = Anzahl inkorporierter  $^3\text{H}$ -Atome pro 100 eV absorbierter Energie) recht unterschiedlich ist ( $G_{\text{Toluol}} = 1,38 \cdot 10^{-2}$ ;  $G_{\text{Cyclohexan}} = 2,40 \cdot 10^{-3}$ ;  $G_{\text{n-Hexan}} = 2,45 \cdot 10^{-4}$ ).

Ein wesentlicher Vorteil unserer Arbeitsweise besteht außerdem darin, daß mitentstandene  $^3\text{H}$ -aktive Nebenprodukte vergleichsweise um den Faktor 100 weniger vorhanden sind. Hierin unterscheidet sich das katalytische Verfahren auch von denen, die mit Zufuhr von äußerer Anregungsenergie, wie Tesla-Entladungen und UV-Bestrahlungen arbeiten.

Während ferner bei der normalen Gas-Exposition die H-Atome der Seitenkette des Toluols zu etwa 25 bis 30 % durch Tritium substituiert werden<sup>2)</sup>, bleibt in Gegenwart von Jod die Tritierung auf die Wasserstoff-Atome des aromatischen Rings beschränkt. Die



Verteilung auf die einzelnen Ringpositionen wurde von uns ähnlich der bei Nitrierungen und anderen elektrophilen Substitutionen gefunden.



Die Ergebnisse zeigen sowohl, daß man die <sup>3</sup>H-Selbst-Markierung durch Auswahl geeigneter Energieüberträger verstärken und innerhalb gewisser Grenzen auch zu lenken vermag, als auch die Notwendigkeit, bei chemischen und biologischen Indikator-Anwendungen zu prüfen, ob und in welchem Maße <sup>3</sup>H-bevorzugte Positionen im Moleküle vorliegen.

Eingegangen am 19. September 1961 [Z 146]

\*) Z. Zt. Max-Planck-Institut für Chemie (Otto-Hahn-Institut) in Mainz. — <sup>1</sup>) M. A. El-Sayed, P. J. Estrup u. R. Wolfgang, J. Physic. Chem. 62, 1356 [1958]. — <sup>2</sup>) H. J. Ache, W. Herr u. A. Thiemann, Symposium on the Detection and Use of Tritium in the Physical and Biological Sciences, Wien 1961, TTS/10, s a. Z. analyt. Chem. 181, 551 [1961].

Bei der Wiedergabe von Gebrauchsnamen, Handelsnamen, Warenbezeichnungen und dgl. handelt es sich häufig um gesetzlich geschützte eingetragene Warenzeichen, auch wenn sie nicht als solche mit ® gekennzeichnet sind.